回火温度对5.5Ni低温钢组织和力学性能的影响*

李员妹[1,2] 孙新军[2] 雍岐龙[1,2] 李昭东[2] 张 可[1,2] 王小江[1,2]

1. 昆明理工大学材料科学与工程学院 昆明 650093
2. 钢铁研究总院工程用钢所 北京 100081

摘 要 用XRD, SEM及TEM等手段表征5.5Ni钢在不同回火温度下逆转变奥氏体的含量、形貌和尺寸等的变化, 研究了回火温度对5.5Ni钢力学性能的影响规律。结果表明: 在580−600℃回火后5.5Ni钢的抗拉强度和屈服强度变化不明显; 在620℃回火后抗拉强度小幅度提高, 屈服强度却大幅度降低, 延伸率持续升高; 在580−620℃回火, 随着回火温度的提高5.5Ni钢中的逆转变奥氏体体积分数虽逐渐增加, 冲击功却不断降低。稳定程度高且细小均匀弥散分布的片层状逆转变奥氏体, 是在580℃回火后冲击功高达148 J的主要原因。钢中有两类逆转变奥氏体, 一类是片层状的, 宽度为20 nm, 长度不一, 有利于提高钢的低温韧性; 另一类是块状的, 呈团簇状分布, 尺寸约为200 nm, 对钢的低温韧性有害。

关键词 金属材料, 5.5Ni钢, 回火温度, 微观组织, 力学性能

分类号 TG142 文章编号 1005-3093(2015)11-0860-07

Effect of Tempering Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of 5.5Ni Cryogenic Steel

LI Yuanmei[1,2] SUN Xinjun[2**] YONG Qilong[1,2] LI Zhaodong[2]
ZHANG Ke[1,2] WANG Xiaojiang[1,2]

1. School of Materials Science and Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China

2. Department of Structural Steels, Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081, China

*Supported by National Natural Science Foundation of China No.51201036.

Manuscript received December 15, 2014; in revised form January 30, 2015.

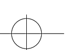
**To whom correspondence should be addressed, Tel: 13911619639, E-mail: sunxinjun@cisri.com.cn

ABSTRACT The volume fraction, morphology and size of reversed austenite in 5.5Ni steel tempered at different temperatures were characterized by X-ray diffraction, scanning electron microscope and transmission electron microscope, and the influence of tempering temperature on mechanical properties of 5.5Ni steel was investigated. The results show that there was no significant change in either the tensile strength or yield strength for the steel tempered in the range from 580℃ to 600℃. There was a slight increment in tensile strength but a great decrement in yield strength, besides, a maximum elongation was obtained for the steel tempered at 620℃. As the tempering temperature increased from 580℃ to 620℃, the volume fraction of reversed austenite in 5.5Ni steel increased gradually but impact energy decreased. Stable, homogeneous, dispersive and fine lamella-like reversed austenite is the main reason of the high impact energy of 148 J when the steel tempered at 580℃. Two types of reversed austenite including lamella ones and block ones were detected in this steel. The former had different length with a width of about 20 nm which could improve the low temperature toughness of the steel. The latter had a size of about 200 nm and tended to gathering together as clusters which were detrimental to the low temperature toughness of the steel.

KEY WORDS metallic materials, 5.5Ni steel, tempering temperature, microstructure, mechanical properties

对低温钢进行适当的热处理, 可出现一定量的逆转变奥氏体(γ')[1-3]。γ'可通过裂纹尖端钝化效应、局部相变诱导塑性和“净化基体”等方式使钢的低温

* 国家自然科学基金51201036资助项目。
2014年12月15日收到初稿; 2015年1月30日收到修改稿。
本文联系人: 孙新军



韧性显著提高[4]，而一般弥散细小且稳定的γ′对改善钢低温韧性的作用更为明显[2, 5-7]。热处理工艺特别是回火工艺对低温钢的组织和力学性能影响较大，在回火过程中γ′主要由马氏体发生逆转变形成[6-8]。因此，研究回火温度对γ′含量、形貌及其稳定性的影响，有助于对钢中γ′进行组织调控，从而进一步优化热处理工艺和提高钢的综合力学性能。

9Ni钢是制造超低温压力容器LNG储罐的理想材料，但是钢中相当高的Ni含量使其成本提高。因此，开发综合性能优良、成本低廉的新型节Ni型低温钢对于提升企业产品竞争力具有重要意义。基于此，本文用XRD、SEM和TEM等手段研究回火温度对5.5Ni钢组织和力学性能的影响。

1 实验方法

实验用钢的化学成分为(质量分数，%)：C 0.046，Si 0.049，Mn 1.0，Al 0.023，Ni 5.32，Mo 0.11，Cr 0.32，P≤0.0064，S≤0.0037，Fe余量。用50 kg真空感应炉冶炼实验钢，将其锻成尺寸为120 mm×110 mm×60 mm的钢坯。实验钢的轧制工艺和冷却制度，如图1所示。将钢坯在1150℃均热1 h，再进行粗轧和精轧两阶段轧制，终轧温度为830℃，随后水淬至室温。将轧后直接淬火的实验钢在690℃保温1 h后水淬，随后将其回火。回火温度分别为580℃、600℃和620℃，保温1 h，空冷至室温。

用WE-300液压拉伸试验机测量实验钢的室温拉伸性能，使用直径为5 mm的标准拉伸试样。用JBN-300B冲击试验机在-196℃下进行Charpy冲击实验，V型缺口试样的尺寸为10 mm×10 mm×55 mm；实验钢经机械磨制抛光后，使用体积分数为4%的硝酸酒精溶液腐蚀，用S-4300冷场发射扫描电镜(SEM)及H-800透射电镜(TEM)观察实验钢的微观组织形貌。使用Thermo-calc软件计算出实验钢的

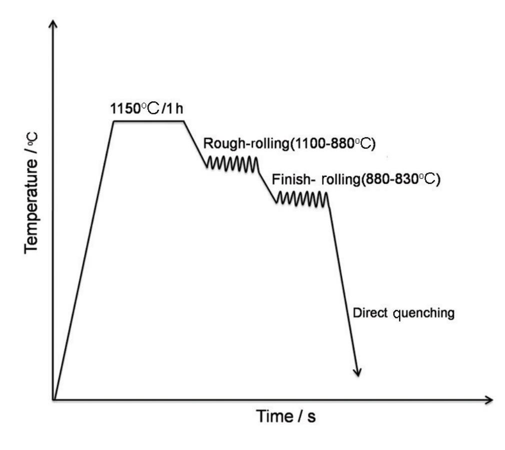


图1 实验钢的轧制和冷却工艺
Fig.1 Schematic illustration of the TMCP process

A_{e1}=595℃，A_{e3}=729℃。

将实验钢研磨抛光后，再进行电解腐蚀以去除表面应力，用PANALYTICAL-MPD X射线衍射仪(XRD)，依照国标GB8362-87测量试样在室温条件下的残余奥氏体体积分数，其具体计算公式为

$$V_\gamma = \frac{1}{1 + G\frac{I_\alpha}{I_\gamma}} \tag{1}$$

式中V_γ为残余奥氏体体积分数，I_α和I_γ分别为钢中铁素体或马氏体和奥氏体晶面衍射峰累积强度，G为fcc晶面$(hkl)_\gamma$与bcc晶面$(hkl)_\alpha$所对应的积分强度因子比值(其中(hkl)代表相应的晶面指数)。

2 结果和讨论

2.1 显微组织

图2给出了实验钢经不同温度回火后的SEM像。由图2可知，在不同温度回火的试样基体组织均为回火马氏体，其板条结构不清晰，在基体组织上分布着数量不等的白色物，其中一部分为逆转变奥氏体(γ′)。经690℃淬火再在不同温度回火后，其组织为回火马氏体与γ′，以及少数由不稳定的γ在冷却过程中发生转变而来的"新鲜"马氏体。因此，图中的白色物为γ′和"新鲜"马氏体，其中γ′呈细小、断续的点状，多沿奥氏体晶界和马氏体束界分布；而"新鲜"马氏体分布比较散乱、粗大。在580℃回火后，γ′多呈细小颗粒状与片层状。与在580℃回火的组织相比，在600℃和620℃回火的γ′明显增多，多呈块状，且在620℃回火后"新鲜"马氏体数量明显比在580℃回火后的多，尺寸也略有增大(图2c)。

图3给出了不同回火温度下实验钢的XRD谱及γ′体积分数。图3a中的$(111)_\gamma$，$(200)_\gamma$，$(220)_\gamma$，$(311)_\gamma$为奥氏体衍射峰，$(110)_\alpha$，$(200)_\alpha$，$(211)_\alpha$为马氏体衍射峰。由此可知，在不同温度下回火的组织中均存在一定体积的γ′，且随着回火温度的提高，γ′衍射峰峰值也升高；在580~620℃回火，随着回火温度的提高，γ′的体积分数增加。实验钢经液氮浸泡处理后，γ′体积分数都有所下降，但是在580℃回火后的试样，液氮浸泡前后γ′体积分数变化不明显。在600℃回火液氮浸泡后奥氏体体积分数下降了4.6%，而在620℃回火时下降更甚，约10%的γ′发生了转变(图3b)。在580~620℃回火，随着回火温度的提高，在液氮浸泡过程中发生转变的γ′越多。

为了进一步清楚地表征γ′的分布和形态，用TEM对不同温度回火的5.5Ni钢进行微观组织分析。在一般情况下，γ′有两种不同的形态，一种是不规则的块状，主要分布在大角度晶界上；另一种

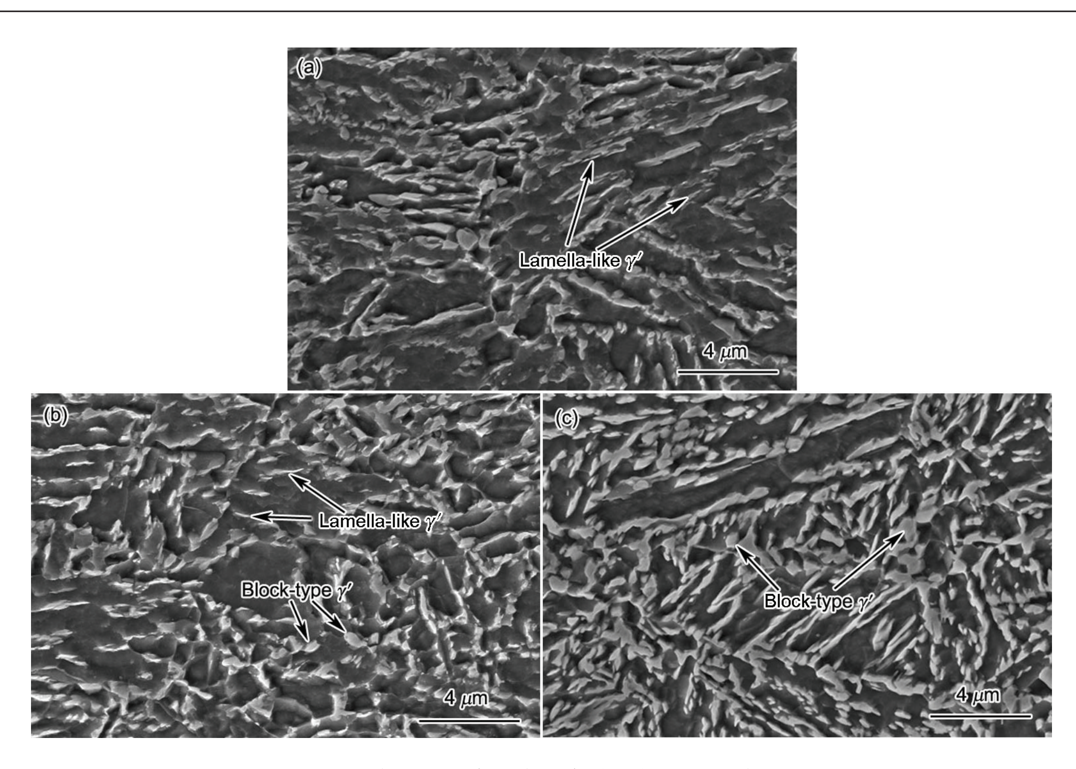


图2 在不同温度回火后实验钢的组织形貌

Fig.2 Microstructure of test steel after tempered at the temperatures of 580℃ (a), 600℃ (b) and 620℃ (c)

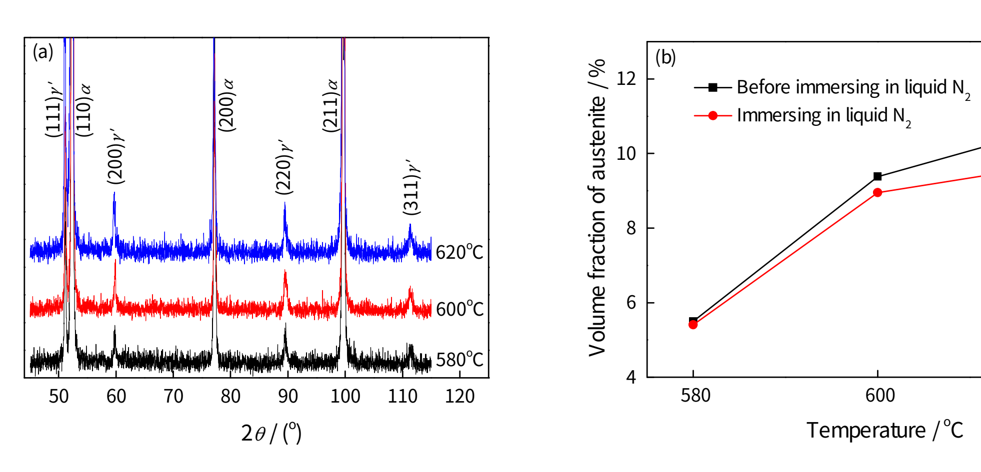


图3 在不同温度回火后钢的XRD谱图和逆转变奥氏体的体积分数

Fig.3 XRD spectra (a) and the volume fraction of reversed austenite (b) of test steel after tempered at different temperatures

是片层状的，一般分布在马氏体板条间[9]，而钢中片层状的γ'对提高钢的低温韧性起着重要的作用。图4给出了经不同回火温度热处理后的TEM像。由图4可知，在580℃回火后，γ'呈细小片层状分布在回火马氏体板条间，其排列方向与周围的马氏体板条相互平行，宽度约为20 nm，但长度不一(图4a)；在600℃回火后，片层状γ'的宽度增加，尺寸约为50 nm，长度基本不变，且出现了一定量的块状γ'(图4b)。对图中片层状γ'的选区电子衍射斑进行标定，可知此类片层状γ'与马氏体基体满足N-W关系，即满足$(111)_{\gamma\text{-}Fe}//(110)_{\alpha\text{-}Fe}$，$[011]_{\gamma\text{-}Fe}//[001]_{\alpha\text{-}Fe}$关系。而在620℃回火时生成了大量的块状$\gamma'$，且呈团簇状分布，尺寸均约为200 nm(图4c)。图4d给出了620℃回火后试样中的“新鲜”马氏体，主要分布在原始奥氏体或回火马氏体大角度晶界交叉处，其尺寸约为400 nm，“新鲜”马氏体内部平行排列着较多细小的马氏体板条，其由γ'在冷却过程中转变而来，此类γ'尺寸更为粗大。

2.2 力学性能

图5给出了不同回火温度下实验钢的力学性能。由图5a可知，回火温度由580℃升高到600℃，实验钢的抗拉强度(R_m)与屈服强度($R_{p0.2}$)变化不明显，延伸率(A_5)略有升高；回火温度由600℃升高到620℃，R_m有小幅提高，$R_{P0.2}$却有大幅降低，屈强比

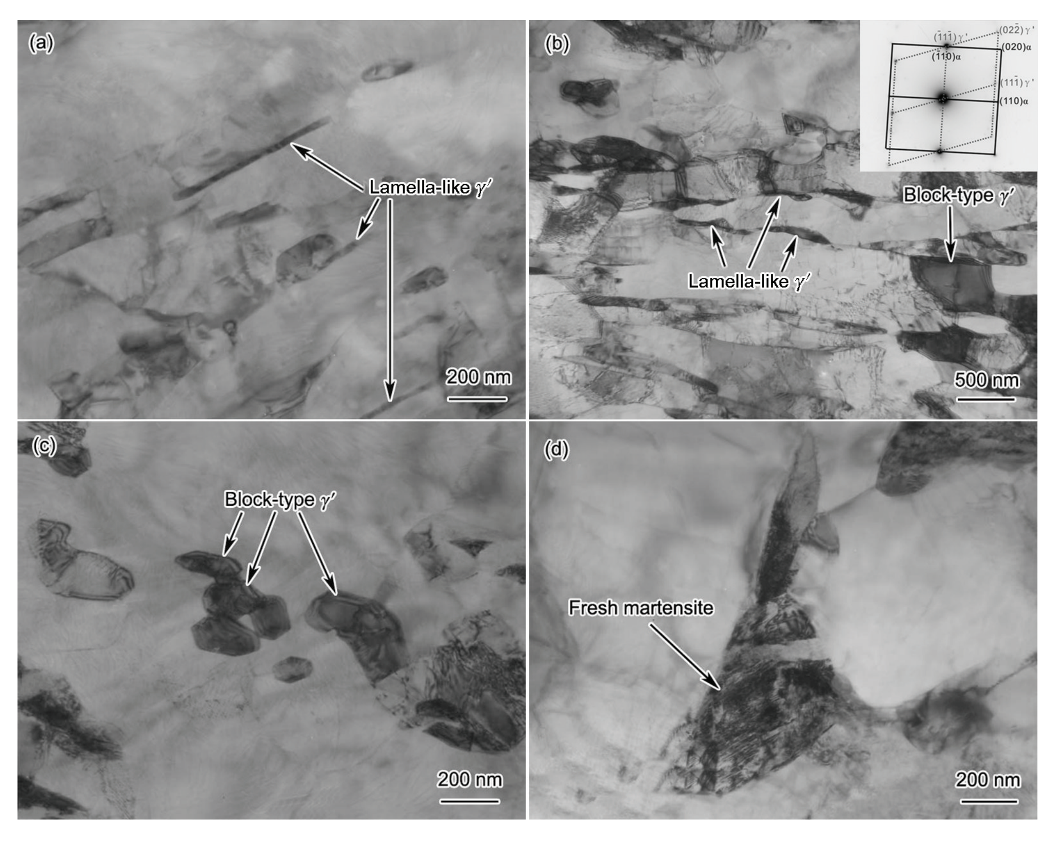


图4 在不同温度回火后实验钢的TEM像

Fig.4 TEM images of test steel tempered at different tempering temperatures, (a) 580℃, (b) 600℃, (c) 620℃, (d) fresh martensite of test steel tempered at 620℃

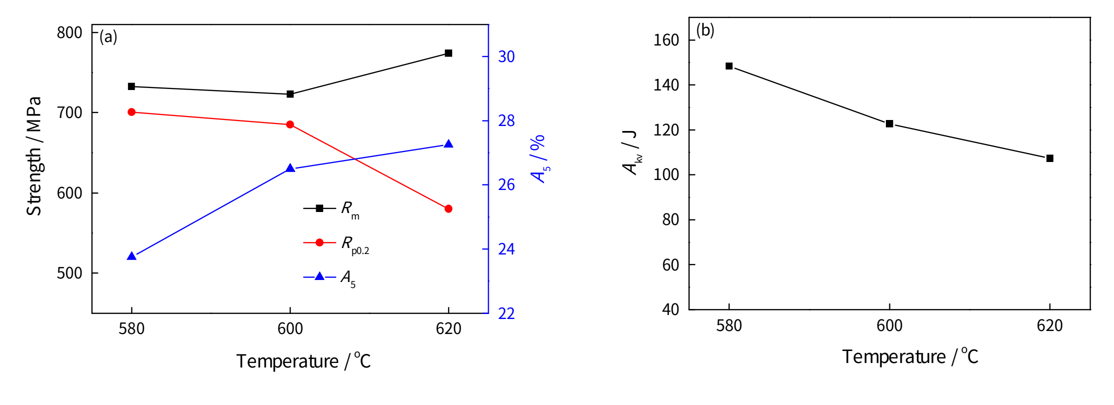


图5 在不同温度回火后5.5Ni钢的力学性能

Fig.5 Effect of tempering temperature on (a) tensile strength (R_m), yield strength ($R_{p0.2}$), elongation (A_5) and (b) impact energy (A_{kv}) of 5.5Ni steel

显著下降，A_5稍有提高。图5b给出了实验钢的冲击功随回火温度的变化。可以看出，随着回火温度的提高，实验钢的冲击功呈线性降低，由580℃时的148 J下降到620℃时的107 J，但均在100 J以上。这个结果表明，实验钢的冲击韧性已达到甚至超过了9Ni的技术指标。

2.3 讨论

2.3.1 回火温度对强度与塑性的影响　5.5Ni钢经过不同的回火热处理后，其抗拉强度(R_m)与屈服强度($R_{p0.2}$)值均较高(图5a)。当回火温度为580℃与600℃时，其强度值变化不明显，屈强比较高，表明材料的抗变形能力强。在620℃回火时R_m略有增加，$R_{p0.2}$大幅下降，屈强比显著降低。其主要原因是，在620℃回火时γ'含量较高，其吸收的杂质元素增多，净化基体的作用增强，促进了更软的马氏体基体的形成。同时，温度越高钢中的位错密度降低，使钢的屈服强度有所下降。在拉伸过程中奥氏体发生滑移将导致实验钢产生宏观屈服，因此较高的奥氏体含量将对应较低的屈服强度，赵晖[10]等也发现，奥氏体的含量是决定实验钢屈服强度的主要

因素。另一方面，有研究学者[11]使用Thermo-Calc计算软件对经不同温度热处理后试样中室温奥氏体体积分数进行预测，并建立了相应的计算模型。图6给出了计算出的5.5Ni钢经不同温度回火后各相体积分数。可以看出，计算出的实验钢中室温奥氏体体积分数最大值所对应的温度在600℃与620℃之间。当回火温度为620℃时，γ′稳定性下降，在冷却过程中部分转变为"新鲜"马氏体，与图4d中描述一致。由图3b可知，随着回火温度的升高，在液氮浸泡过程中发生转变的γ′越多，在620℃回火时γ′最不稳定，可见回火后试样在一定的塑性变形条件下发生马氏体相变的可能性较大。大量实验数据表明，复相基体组织的抗拉强度TS基本遵从混合物规律[12]，即

$$TS = f_{M1}TS_{M1} + (1 - f_{M1})TS_{M2} \tag{2}$$

其中 TS_{M1}、TS_{M2}分别为基体相 M_1和 M_2的抗拉强度，f_{M1}和1-f_{M1}分别为基体相 M_1和 M_2的体积分数。当软相的体积分数不大时，实验钢的抗拉强度主要取决于硬质相的抗拉强度，而本实验钢中马氏体为硬质相。由图6可知，在620℃保温过程中生成的块状γ′在随后的冷却过程中一部分转变为"新鲜"马氏体，致使实验钢的抗拉强度得到提高。同时，在拉伸过程中更多处于亚稳态的γ′向马氏体转变，使钢的抗拉强度进一步提高。

随着回火温度的升高，γ′体积分数也在递增，而均匀延伸率与γ′体积分数的变化趋势一致。如果钢中含有一定体积分数的亚稳态奥氏体，当外界提供一定的驱动能量如形变时，γ′通过形变诱导发生马氏体相变，产生加工硬化，塑性变形将不得不转向周围强度较低的区域，从而延迟颈缩的形成和扩展，提高了钢的塑性，尤其是均匀塑性[13]。因此，

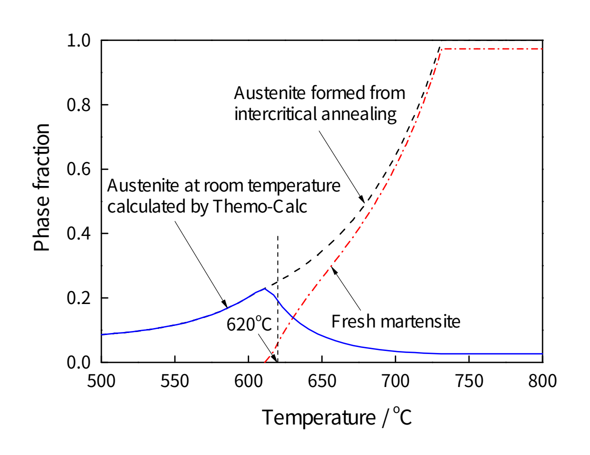


图6 在不同温度回火后实验钢中各相体积分数的理论计算结果

Fig.6 Calculated results of phase fraction of test steel tempered at different tempering

随着回火温度的升高实验钢中γ′体积分数提高，其延伸率也相应的提高，γ′体积分数是决定材料塑性的主要参数。

2.3.2 *回火温度对冲击功的影响* 有研究[14]表明，在冲击断裂过程中一般裂纹尖端存有较大的应力集中，当裂纹尖端与γ′相遇时，γ′会发生马氏体相变，吸收大量的能量，从而使应力集中得到有效的松弛，延缓了裂纹的形核。同时，当逆转变奥氏体稳定性较高时，在裂纹形核阶段的载荷作用后，有较多逆转变奥氏体保留下来，在断裂过程中通过"TRIP"效应延缓了裂纹的扩展，最终达到改善钢的低温韧性的目的。随着回火温度的升高，γ′含量不断增加(图3b)，实验钢的性能也达到了9Ni的技术指标，但是冲击功却呈现下降的趋势(图5b)。

冲击功随着回火温度的升高而下降，其与γ′的稳定性相关。γ′主要是通过吸收基体中的间隙原子及合金元素使其自身得以稳定，而C、Mn与Ni是钢中主要的奥氏体稳定化元素。回火温度越低则钢中C、N等间隙原子的扩散能力不断降低，Mn、Ni等合金元素的扩散也变得困难。因此，在580℃回火后钢中γ′含量较低，而钢中合金元素的含量是一定的，从而使奥氏体中稳定化元素的平均浓度较高，因而其奥氏体稳定性高。这是在580℃回火后冲击功比较高的原因之一。随着回火温度的升高，实验钢中γ′的含量也不断升高，但其内部奥氏体稳定化元素的平均浓度却不断降低，γ′的稳定性也随之不断降低。从图3b可见，随着回火温度的升高，在液氮浸泡过程中发生转变的γ′越多，在580℃回火试样液氮保温前后测得的γ′体积分数很相近，此时的γ′稳定性高。在600℃回火试样中γ′稳定性次之，在620℃回火期间生成的奥氏体稳定性最差。另由图6和图4d可见，在620℃回火时钢中的γ′极不稳定，在冷却过程中就有部分γ′转变为马氏体，再进行-196℃冲击实验，将有更多的γ′发生转变，此类不稳定的γ′改善冲击韧性的效果明显降低。另外，C、Mn与Ni等原子作长距离扩散的能力随着温度的升高而不断增强，微区偏析现象减弱，在一定的外力条件下发生马氏体相变的可能性就随之提高，这也是导致600℃与620℃回火后实验钢的冲击功较低的又一原因。因此当γ′的量在一定范围时，其稳定性就成为影响冲击功的一个重要因素。

钢的低温韧性除了与γ′的含量及稳定性相关外，还与γ′的形态[15]和尺寸[16, 17]有关。与块状奥氏体相比，片层状奥氏体中的碳含量更高，对马氏体切

变的抗力更大，马氏体相变时需要的化学驱动力更大[15]。在580℃回火时生成的γ′主要呈细小片层状且以马氏体板条间析出为主(图4a)，此类尺寸细小且分布均匀的γ′受周围硬质相马氏体的阻碍，令其奥氏体稳定元素富集度高，因此在较低的塑性变形条件下不易发生马氏体相变。为了使此类稳定性较好的γ′发生马氏体转变必须使其吸收更多的能量或发生较大的塑性变形，因此，此类γ′十分有利于阻碍裂纹的扩展，这是实验钢在580℃回火后冲击功高的另一原因。当回火温度为600℃和620℃时，虽然γ′的含量增多，但其中出现了一定量的块状γ′，而块状γ′的稳定性较低，马氏体相变约束力较小，当发生塑性变形时，易于发生马氏体相变。而在620℃回火后出现由粗大块状γ′转变而来的"新鲜"马氏体(图4d)，因此块状γ′阻碍裂纹扩展的作用不明显，从而极大恶化了钢的低温韧性。随着回火温度的升高，生成的γ′增加，但是块状γ′的比例也大幅提高，从而使实验钢的冲击功不断降低。

综上所述，体积分数适当且稳定程度高、均匀弥散分布的片层状γ′，是在580℃回火后冲击功最高的主要因素。在580-620℃回火后γ′的量改变不大(5.5%-10.8%)，而γ′的形态和稳定性是影响冲击功的主要原因；又因在580℃回火后γ′的量最小，其稳定性相对较高，因此在580℃回火的试样冲击功最高。

3 结　论

1. 当回火温度从580℃升高到600℃时，5.5Ni钢强度的变化趋势不明显，但是在620℃回火后其抗拉强度稍有增加，屈服强度大幅降低，延伸率持续上升。

2. 在580-620℃回火，随着回火温度的升高，实验钢的逆转变奥氏体(γ′)体积分数虽有所增加，但其冲击功却不断降低，由在580℃回火的148 J减少到在620℃回火的107 J，但是冲击功均高于100 J，达到了9Ni钢的性能指标。γ′的稳定性随着回火温度的升高而降低，稳定性低的块状奥氏体体积分数的增加是导致其冲击功不断降低的主要原因。

3. 5.5Ni钢中片层状γ′均匀弥散的分布在马氏体板条间，宽度约20 nm，长度不一，对钢的低温韧性有利；块状γ′呈团簇状分布，尺寸约为200 nm，对钢的低温韧性有害。

4. 5.5Ni钢的低温韧性与回火温度有密切的关系，其低温韧性不仅取决于γ′的含量，更取决于γ′的形态及其稳定性。体积分数适当且稳定程度高、细小均匀弥散分布的片层状γ′，是在580℃回火后试样的冲击功高达150 J的主要原因。

参 考 文 献

1 YANG Yuehui, CAI Qingwu, WU Huibin, WANG Hua, Formation of reversed austenite and its effect on cryogenic toughness of 9Ni steel during two phase region heat treatment , Acta Metallurgica Sinica, **45**(3), 270(2009)
(杨跃辉, 蔡庆伍, 武会宾, 王 华, 两相区热处理中逆转变奥氏体的形成规律及其对9Ni钢低温韧性的影响, 金属学报, **45**(3), 270 (2009))

2 JIANG Lu, SUN Xinjun, LI Zhaodong, YONG Qilong, Effects of tempering temperature on morphology of metastable austenite and mechanical properties of Mn- Ni steel, Iron & Steel, **49**(12), 59 (2014)
(江 陆, 孙新军, 李昭东, 雍岐龙, 回火温度对Mn-Ni钢亚稳奥氏体形貌及其力学性能的影响, 钢铁, **49**(12), 59(2014))

3 B. Fultz, J.I. Kim, Y. H. Kim, H. J. Kim, G. O. Fior, J. W. Morris, The stability of precipitated austenite and the toughness of 9Ni steel, Metallurgical Transactions A, **16**(12), 2237(1985)

4 B. Fultz, J.W. Morris, A Mössbauer spectrometry study of the mechanical transformation of precipitated austenite in 6Ni steel, Metallurgical Transactions A, **16**(2), 173(1985)

5 J. W. Morris, Jr., Z. Guo, C. R. Krenn, Y.-H. Kim, The limits of strength and toughness in steel, ISIJ International, **41**(6), 599(2001)

6 J. Huang, W.J. Poole, M. Militzer, Austenite formation during intercritical annealing, Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, **35A**(11), 3363(2004)

7 YANG Yuehui, CAI Qingwu, TANG Di, WU Huibin, Precipitation and stability of reversed austenite in 9Ni steel, International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, **17**(5), 587(2010)

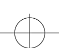
8 S. J. Wu, G. J. Sun, Q. S. Ma, Q. Y. Shen, L. Xu, Influence of QLT treatment on microstructure and mechanical properties of a high nickel steel, Journal of Materials Processing Technology, **213**(1), 120(2013)

9 ZHANG Kun, WU Huibin, TANG Di, ZHANG Weihua, Stability of reversed austenite in 9Ni steel, Journal of University of Science and Technology Beijing, **34**(6), 651(2012)
(张 坤, 武会宾, 唐 荻, 张卫华, 9Ni钢中逆转变奥氏体的稳定性, 北京科技大学学报, **34**(6), 651(2012))

10 ZHAO Hui, SHI Jie, LI Nan, WANG Cunyu, HU Jin, HUI Weijun, CAO Wenquan, Effects of Si on the microstructure and mechanical property of medium Mn steel treated by quenching and partitioning process, Chinese Journal of Materials Research, **25**(1), 45 (2011)
(赵 晖, 时 捷, 李 楠, 王存宇, 胡 劲, 惠卫军, 曹文全, Si对中锰钢淬火配分组织和性能的影响, 材料研究学报, **25**(1), 45 (2011))

11 Emmanuel De Moor, David K. Matlock, John G. Speer, Matthew J. Merwin, Austenite stabilization through manganese enrichment, Scripta Materialia, **64**(2), 185(2011)

12 YONG Qilong, *Secondary Phases in Steels* (Beijing, Metallurgical Industry Press, 2006) p.33
(雍岐龙, 钢铁材料中的第二相 (北京, 冶金工业出版社, 2006)



p.33)
13 LI Lin, GAO Yi, ZHU Naqiong, HE Yanlin, LIU Rendong , HE Zhongping, SHI Wen, ZHANG Mei, Technology for high performance TRIP steel, Science China Technological Sciences, **55**(7), 1823(2012)
14 YANG Yuehui, ZHANG Xiaojuan, YUAN Shaoqiang, Effect of reversed austenite on low temperature fracture mechanism of 9Ni steel, Transactions of Materials and Heat Treatment, **35**(9), 101 (2014)
(杨跃辉, 张晓娟, 苑少强, 回转奥氏体对9Ni钢低温断裂机制的影响, 材料热处理学报, **35**(9), 101(2014))
15 Y. K. Lee, H. C. Shin, Y. C. Jang, S. H. Kim, C. S. Choi, Effect of isothermal transformation temperature on amount of retained austenite and its thermal stability in a bainitic Fe-3%Si-0.45%C-X steel, Scripta Materialia, **47**(12), 805(2002)
16 H. S. Yang, H. K. D. H. Bhadeshia, Austenite grain size and the martensite-start temperature, Scripta Materialia, **60**(7), 493(2009)
17 S. Lee, S. J. Lee, B. C. De Cooman, Austenite stability of ultrafine-grained transformation-induced plasticity steel with Mn partitioning, Scripta Materialia, **65**(3), 225(2011)